

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-52721

(43)公開日 平成5年(1993)3月2日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

G 0 1 N 1/28

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

F 8105-2 J

審査請求 未請求 請求項の数11(全 8 頁)

(21)出願番号 特願平3-210803

(22)出願日 平成3年(1991)8月22日

(71)出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72)発明者 大西 毅

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所那珂工場内

(72)発明者 石谷 亨

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所那珂工場内

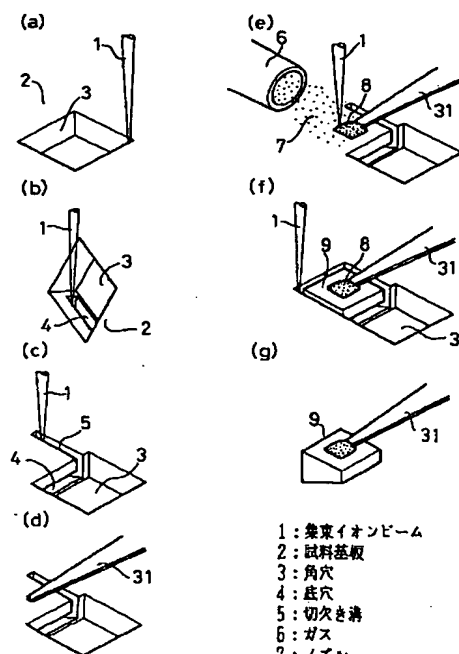
(74)代理人 弁理士 春日 譲

(54)【発明の名称】 試料の分離方法及びこの分離方法で得た分離試料の分析方法

(57)【要約】

【目的】 集積回路チップや半導体ウェハの任意の箇所を分離するに当り、チップやウェハを割ることなく当該箇所の部分を分離し、分離した試料を任意の位置に搬送し又は任意の姿勢にセットし、TEM、SEM、SIMS等のその他の各種の分析を可能にする。

【構成】 FIBによる三次元微細加工技術とマイクロマニピュレーション技術により微細な試料片を試料基板から切り出して分離する。試料基板の表面に対し少なくとも二種類の角度からFIBで加工し、分析対象部を含む試料の一部を分離する工程中に、外部から別個に導入したプローブに分離試料を機械的に接続する。分離した試料はプローブで支持され、搬送される。分離試料に対しTEM、SEM、SIMSその他の分析が行われる。



- 1: 集束イオンビーム
- 2: 試料基板
- 3: 角穴
- 4: 底穴
- 5: 切欠き溝
- 6: ガス
- 7: ノズル
- 8: 堆積膜
- 9: 分離試料
- 31: プローブ

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 試料の表面に対し、少なくとも 2 つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して前記試料を集束イオンビーム加工し、前記試料の一部を分離する方法であり、前記試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される前記一部に接続し、前記試料の一部を支持するようにしたことを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 2】 請求項 1 記載の試料の分離方法において、前記試料の一部と前記プローブの接続を、集束イオンビーム加工により発生したスパッタ粒子による再付着膜により行うことを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 3】 請求項 1 記載の試料の分離方法において、前記試料の一部と前記プローブの接続を、ガス雰囲気中での集束イオンビーム照射により形成したビーム誘起堆積膜により行うことを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 4】 請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の試料の分離方法において、前記集束イオンビーム加工が、反応ガス雰囲気中でのガス支援エッチングであることを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 5】 請求項 1 記載の試料の分離方法において、前記試料は、半導体ウェハであることを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 6】 請求項 1 記載の試料の分離方法において、前記プローブは、50  $\mu\text{m}$  以上の厚みを有するホルダー部と、このホルダー部の片面に先端から突出して設けられた 10  $\mu\text{m}$  以下の厚みを有するプローブヘッドからなることを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 7】 請求項 6 記載の試料の分離方法において、前記プローブは、半導体製造プロセスを利用して製造されることを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 8】 請求項 1 ～ 3 のいずれか 1 項に記載の試料の分析方法において、前記試料の一部と前記プローブとの接触を、分離される試料の一部の近傍の二次粒子像の輝度変化により判断することを特徴とする試料の分離方法。

【請求項 9】 試料の表面に対し、少なくとも 2 つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して前記試料を集束イオンビーム加工し、前記試料の一部を分離して分析する方法であり、前記試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される前記一部に接続し、前記試料の一部を支持し、前記プローブによるこの支持状態で、観察手段を用いて、分離された試料の前記一部の断面を像観察することを特徴とする分析方法。

【請求項 10】 試料の表面に対し、少なくとも 2 つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して前記試料を集束イオンビーム加工し、前記試料の一部を分離して分析する方法であり、前記試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される前記一

部に接続し、前記試料の一部を支持し、更に、前記試料の一部を分離する最中又は分離した後に部分的に薄膜化し、この薄膜部を透過型電子顕微鏡で像観察することを特徴とする分析方法。

【請求項 11】 試料の表面に対し、少なくとも 2 つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して前記試料を集束イオンビーム加工し、前記試料の一部を分離して分析する方法であり、前記試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される前記一部に接続し、前記試料の一部を支持し、この支持状態で、更に、二次イオン分析法で分離した前記試料の成分情報を得ることを特徴とする分析方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は試料の分離方法及び分離した試料の分析方法に係り、特に半導体ウェハの如き試料基板から微細な部分を分離する方法及びそれを利用した分析方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来技術としてマイクロコピー・オブ・セミコンダクティング・マテリアルズ・コンファレンス、オックスフォード大学（1989年）、501～506頁（Microscopy of Semiconducting Materials Conference, Oxford, (1989) pp. 501-506）に開示される技術がある。この文献では、透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope : 略して TEM）分析が可能な薄膜試料を集束イオンビーム（Focused Ion Beam : 略して FIB）を利用して切り出した例が述べられている。

【0003】 上記文献の開示内容によれば、図 7 に示すように、半導体集積回路から長さ数 mm で幅 100 ～ 500  $\mu\text{m}$  のチップ 71 をダイヤモンド・ソーを用いて切出し、銅製のグリッド 72（TEM 観察用標準グリッド）に固定し、その後、FIB を利用してチップ 71 に薄膜試料 73 を加工・形成し、その薄膜試料 73 を電子ビーム 74 を用いて TEM 観察している。図中、75 は矩形開口部である。

【0004】 またその他の従来技術として、プロシーディングス・オブ・インターナショナル・リライアビリティ・フィジックス・シンポジウム（1989年）第 43 頁～第 52 頁（Proceedings of International Reliability Physics Symposium, (1989) pp. 43-52）がある。この文献では、集束イオンビームを利用してデバイスの断面加工を行い、更に走査イオン顕微鏡（Scanning Ion Microscope : 略して SIM）機能を用いて断面構造の像観察を行った例が述べられている。この例は、いわゆる断面 SEM（Scanning Electron Microscope : 略して SEM）による観察の例である。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 従来の TEM 観察では、一般的に、試料を研磨により薄膜化して観察を行

う。従って、試料の観察場所や観察方向を任意に且つ正確に設定できなかった。前述の第1の従来技術は、試料の特定箇所のTEM像が観察できる優れた手法である。しかし、分析箇所を含む長さ数mmで幅100～500μmの領域を、集積回路チップや半導体ウェハから機械的に分離する工程が必要とされ、分離前の試料基板がウェハである場合、観察のためにウェハを割ることになる。またダイヤモンド・ソーなどの機械加工では、加工精度とダメージの観点から試料を100μm以下に薄く加工することは困難であり、機械加工で薄く削れなかった残りの部分をFIBで加工するため、その加工時間が長くなるという欠点がある。

【0006】従来の断面SEM観察では、観察試料を劈開して、その劈開面を観察していた。そのため所望の箇所の断面を観察するのは困難であった。前述した第2の従来技術は、試料の特定箇所の断面を観察できる点で優れている。しかし、試料表面に対し完全に又はおよそ平行な断面を観察するのは困難であり、例えばコンタクト孔の水平断面などは観察できないという不具合を有していた。

【0007】本発明の目的は、集積回路チップや半導体ウェハ内の任意の点を分析する際に、チップやウェハを割らずに当該分析部分のみを取出すことができ、また取出した試料を任意の方向から分析することができ、更に分析のための全所要時間を短くすることができる試料の分離方法、及びこの試料の分離方法を利用した分析方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明に係る試料の分離方法及び分析方法は、上記目的を達成するため、次のように構成される。

1. 本発明に係る試料の分離方法は、試料の表面に対し、少なくとも2つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射し、試料を集束イオンビームで加工し、試料の一部を分離するもので、試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される試料の一部に接続し、当該分離試料をプローブで支持し、任意の位置に分離試料を搬送し、また分離試料の姿勢を任意の姿勢にするものである。

2. 前記分離方法において、好ましくは、試料の一部とプローブの接続を、集束イオンビーム加工により発生したスパッタ粒子による再付着膜により、又はガス雰囲気中での集束イオンビーム照射により形成したビーム誘起堆積膜により行う。

3. 前記の各分離方法において、好ましくは、集束イオンビーム加工が、反応ガス雰囲気中でのガス支援エッチングである。

4. 前記の分離方法において、好ましくは、試料は半導体ウェハであり、またプローブは半導体製造プロセスを利用して製造される。

5. 本発明に係る試料の分析方法は、試料の表面に対し、少なくとも2つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して試料を集束イオンビーム加工し、試料の一部を分離して分析する方法であり、試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される一部に接続し、試料の一部を支持し、プローブによるこの支持状態で、観察手段を用いて、分離された試料の一部の断面を像観察するものである。

6. 本発明に係る更なる試料の分析方法は、試料の表面に対し、少なくとも2つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して試料を集束イオンビーム加工し、試料の一部を分離して分析する方法であり、試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される一部に接続し、試料の一部を支持し、更に、試料の一部を分離する最中又は分離した後に部分的に薄膜化し、この薄膜部を透過型電子顕微鏡で像観察するものである。

7. 本発明に係る更なる試料の分析方法は、試料の表面に対し、少なくとも2つの異なる角度の方向から集束イオンビームを照射して試料を集束イオンビーム加工し、試料の一部を分離して分析する方法であり、試料の一部を分離する前に、外部から導入されたプローブを、分離される一部に接続し、試料の一部を支持し、この支持状態で、更に、二次イオン分析法で分離した試料の成分情報を得るものである。

上記の如く、本発明に係る試料の分離方法及び分析方法によれば、上記目的を達成するため、試料基板表面に対し少なくとも二種類の角度からFIB加工し、分析部を含む試料の一部を分離する分離工程中に別個に外部から導入したプローブに分離試料を機械的に接続するように構成した。従って、試料を分離した後はプローブの移動により分離試料を自由に移動することができる。

【0009】

【作用】本発明では、試料基板表面に対し少なくとも二種類の角度からFIB加工することで、試料基板と分析部を含む微小試料とが機械的に分離するように構成される。またこの試料の一部分離の際において、別個に外部から導入したプローブに分離試料を機械的に接続しておくことで、分離試料が保持でき、プローブの移動により試料を任意の位置に運搬することができる。プローブに保持された分離試料は元の試料基板とは別個に、多種の分析装置に搬入して測定することが可能であり、分析に適した形状に再加工することも可能である。一方、分離後の試料基板は、それ自体破壊されないで、他の分析や追加のプロセスを施すことが可能である。また、FIB加工を利用して試料を分離するため、分離試料の大きさは、従来の機械加工による分離方法に比較して非常に小さくすることができる。そのためTEM観察のための薄膜化加工に要する時間を短くすることができる。

【0010】

【実施例】以下に、本発明の実施例を図1～図6を参照して説明する。図3は、本実施例で用いられるFIB装置の基本構成を示す。液体金属イオン源100から放出したイオンは、コンデンサレンズ101と対物レンズ106によりFIB1となって試料2上に集束される。2つのレンズ101、106の間には、可変アパーチャ102、アライナ・スティグマ103、ブランカ104、デフレクタ105が配置されている。可変アパーチャ102には絞り駆動部102aが、ブランカ104にはブランキング・アンプ104aが、デフレクタ105には偏向制御部105aが、それぞれ付設されている。

【0011】試料2は、2軸(X、Y)方向に移動可能なステージ108上において、このステージ108に装着された試料回転装置120の回転軸に固定されている。ステージ108の移動は、ステージ制御部108aに基づきX及びYの各駆動部を介して行われる。この実施例で、試料回転装置120の回転軸はステージ108と平行に設定されている。

【0012】107はガス源で、ガス源107から発生したガス(W(CO)<sub>2</sub>)は、ガスノズル8によりFIB1の試料照射部の近傍に導かれる。ガス源107はガス源制御部107aにより制御される。FIBの照射により試料2の表面から発生した二次電子は、二次電子検出器109により検出される。二次電子検出器109からの二次電子信号をA/D変換し、FIBの偏向制御と同期してコンピュータ110の画像メモリに取り込むことにより、CRT110a上に走査イオン顕微鏡(Scanning Ion Microscope: 略してSIM)による像が表示される。

【0013】マニピュレータ112は、図4に示すように、3枚のバイモルフ型圧電素子30を90°ずつ方向を回転して接続し、X、Y、Zの3軸の駆動を可能としたものである。マニピュレータの先端には、金属製のプローブ31を装着している。プローブ31の先端部は、板状に加工されている。更に具体的に、プローブ31は、50μm以上の厚みを有するホルダー部と、このホルダー部の片面に先端から突出して設けられた10μm以下の厚みを有するプローブヘッドから構成されることが望ましい。図3に示すように、マニピュレータ112は、マニピュレータ制御部112aを備えている。

【0014】上記コンピュータ110は、システムバス111を介して可変アパーチャ102の絞り駆動、デフレクタ105によるビームの偏向動作、二次電子検出器109からの信号検出、マニピュレータ112の駆動、ステージ108の移動、ガスの供給等の各制御を行う。

【0015】次に、上記構成を有するFIB装置を用いて試料2を加工する。図1は、試料2から分析対象部を含む試料の一部を分離する工程(a)～(g)を示した斜視図である。この実施例で、試料2はシリコン基板であり、分離された試料の一部を、以下「分離試料」とい

う。以下に、分離の手順を工程(a)～(g)に従って説明する。

【0016】(a) 試料2の表面に対しFIB1が直角に照射するように試料2の姿勢を保ち、試料2上でFIB1を矩形に走査させ、試料表面に所要の深さの角穴3を形成する。

(b) 試料2の表面に対するFIB1の軸が約70°傾斜するように、試料2を傾斜させ、底穴4を形成する。試料2の傾斜角の姿勢変更は、試料回転装置120によって行われる。

(c) 試料2の姿勢を変更し、試料2の表面がFIB1に対し再び垂直になるように試料2を設置し、切欠き溝5を形成する。

(d) マニピュレータ112を駆動し、プローブ31の先端を、試料2の分離する部分に接触させる。接触したか否かについての判定方法については、後述される。

(e) ガスノズル6からW(CO)<sub>2</sub>ガス7を供給し、FIB1を、プローブ31の先端部を含む領域に局所的に照射し、堆積膜8を形成する。接触状態にある試料2の分離部分とプローブ31の先端は、堆積膜8で接続される。試料2の分離部分とプローブ31の接続については、ガス雰囲気中での集束イオンビーム照射により形成したビーム誘起堆積膜により、又は集束イオンビーム加工により発生したスパッタ粒子による再付着膜により行うことができる。

(f) FIB1で残りの部分を切欠き加工し、試料2から分離試料9を切り出す。切り出された分離試料9は、接続されたプローブ31で支持された状態になる。

(g) マニピュレータ112を駆動し、分離試料9を所要の箇所に移動させる。

上記実施例において、FIB1の加工エリアを指定する際、予め加工エリアを含む領域をFIB1でラスタ走査し、試料2の表面から発生した二次電子(代表的な二次粒子)の信号量を輝度信号として画像化したSIM像を利用した。二次電子の検出は、二次電子検出器109によって行われる。SIM像を利用した試料表面の方向(X、Y軸方向)における加工エリアの設定は比較的簡単に行うことができる。しかし、プローブ31と試料2との接触に関する判定は、Z軸方向の情報が必要であるため、困難である。すなわち、FIB1のフォーカス状態の違いによりZ軸方向に関するある程度の情報が得られるが、ミクロンレベルの判定は困難である。

【0017】従って本実施例では、工程(d)において、プローブ31を導電性のものとし、それを高抵抗を介して電圧源(電圧をVsとする)に接続する。プローブ31の電位は、プローブ31が試料2と接触していない時はほぼVsとなり、接触した時は試料2の電位(接地電位)となる。これにより、接触がプローブ31のSIM像の輝度レベルを変化させるため、このレベル変化に基づき正確な接触判定ができるようになった。

【0018】切り出した分離試料9は、その後、その断面を再びFIB加工（微細ビームによる仕上げ加工）し、断面構造をSEM（走査型電子顕微鏡）で観察した。また、同様の手法で分離試料8の裏面を仕上げ、その構造を観察することもできる。つまり、本実施例によると、試料表面に平行な断面の観察も可能になる。プローブ31に保持された分離試料9は、試料2とは別個に多種の分析装置に挿入して測定することが可能である。例えば、二次イオン質量分析計で元素分析を行うことができる。また分離試料9は分析に適した形状に再加工することもできる。例えば分析部を頂角部に含むくさび形に分離試料9を加工し、CAT（Composition Analysis by Thickness-fringe）法により、組成分析することもできる。

【0019】図2は、前記実施例と同様の手法で試料2の一部を分離し、その分離試料9をTEM観察する目的で薄膜化した実施例を示す斜視図である。工程（a）に示されるように分離試料9の一部9aの肉厚が予め薄くされる。更に工程（b）で、分離試料9は、薄肉部9aをFIB1で薄膜化される。分離試料9の一部9aが、TEMの試料になる。本実施例によれば、試料2の任意の場所からTEM試料を容易に取り出すことができる。従って、試料2である基板を割る必要がない。

【0020】図5に半導体ウェハ52に対し多点のTEM分析を行った実施例を示す。この実施例では、分析点50a~50e、51a、51bをそれぞれ含む微小試料を、半導体ウェハ52から分離し、図2と同様の手法により、それぞれの分離試料を薄膜化した後、TEM分析を行った。この実施例で明らかのように、本発明による分離方法では、1枚のウェハの中から多数の分離試料を得ることができる。この場合、取り出そうとする非常に微小な領域を除いて他の部分には、分離に起因する影響を与えない。従って、任意の箇所の試料部分を分離することができる。また分析点51a、51bは近接しており、ウェハを割ってTEM試料を作成する従来の手法では、2つの試料を得ることは困難であった。しかし、本発明による分離方法を利用すれば、2つの試料を得ることができ、TEM観察が可能となった。また分析対象の複数の試料部分を分離した後、ウェハ自身については他の分析や追加のプロセスを施すことが可能である。

【0021】前記の各実施例ではプローブとして金属状部材を用いたが、半導体プロセスを流用して製作したSiO<sub>2</sub>、Al、W等のプローブを利用することもできる。半導体プロセスを利用すると、形状の揃ったプローブを一度に大量に製造できるという利点がある。プローブの形状は、厚みのあるホルダー部と薄く微細なプローブヘッド部から構成すると、ハンドリングが容易で且つ分離試料との接続が容易となる。

【0022】図6（a）~（b）は、本発明による分離

方法を、トランジスタ素子の移植方法に利用する実施例を説明するための工程図である。移植しようとするトランジスタ素子は、予め本発明による分離方法を利用してチップから分離しておく。以下に、移植の手順を述べる。

【0023】（a） 移植先の基板部分に角穴61をFIB加工する。

（b） 加工角穴61に、分離試料63（例えばトランジスタ等）をマニピュレータを駆動して運搬し、プローブヘッドをFIBにより切断して分離試料63を角穴61内に残す。

（c） 分離試料63上の電極とチップ基板上の配線60を、移植配線62により電気的に接続する。移植配線62は分離試料63と同様にマニピュレータにより運搬し、接続はW（CO）<sub>2</sub>ガス雰囲気でのFIB局所照射によるW堆積膜で行う。

【0024】以上のように、本発明による分離方法を利用すれば、別のチップ内に形成されたデバイスを容易に分離し、運搬し、他のチップ内の所要の箇所に融合させることができる。

【0025】分離試料の体積が大きい場合、分離のためにFIB加工する部分の体積も大きくなる。上記実施例ではFIB加工として物理的なスパッタリング現象のみを利用しており、加工に長時間を費やすことになる。このような場合、FIB加工部近傍に反応ガスを導入し、FIBアシスト・エッチングを行うことで加工速度を向上させ、加工時間の短縮を図ることができる。

【0026】

【発明の効果】以上の説明で明らかのように、本発明によれば、半導体のチップやウェハ内の任意の点を分析する際に、FIBを用いて必要な箇所のみを切出し、且つ分離した部分を支持して任意の箇所に搬送できるように構成したため、チップやウェハ基板を割ることなく、必要とする微小領域をのみを分離できる。また分離後、分離試料はプローブで支持された状態にあるため、任意の箇所に搬送することができ、且つ分離試料の姿勢を任意の姿勢に変更することができるため、TEM観察等の分析が可能となる。更にFIBの加工領域が分析対象部のごく周囲のみであるため基板の総加工体積が少なく、分析のための全所要時間が短縮できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による分離方法の分離手順を示す斜視図である。

【図2】TEM観察可能な試料の分離加工例を示す斜視図である。

【図3】本発明による分離方法を実施するためのFIB装置の構成図である。

【図4】マニピュレータの拡大斜視図である。

【図5】多点TEM分析を行うための分離試料切出し位置の例を示すウェハの正面図である。

【図 6】分離した試料を他の場所に移植する実施例を示す斜視図である。

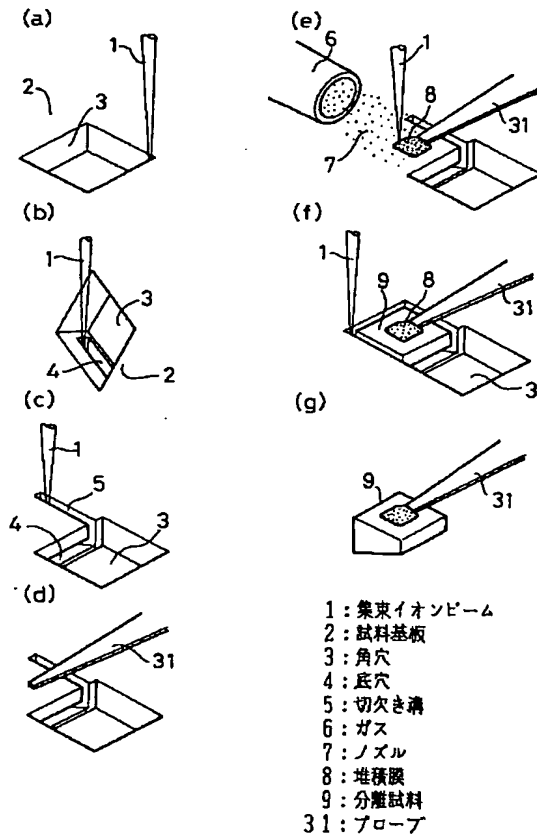
【図 7】従来の試料分離方法及び試料分析方法を説明するための斜視図である。

【符号の説明】

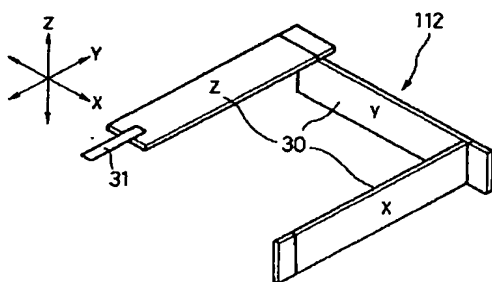
- 1 集束イオンビーム  
2 試料基板

- 6 ガス  
7 ノズル  
8 堆積膜  
9 分離試料  
30 バイモルフ型圧電素子  
31 金属プローブ  
52 半導体ウェハー

【図 1】

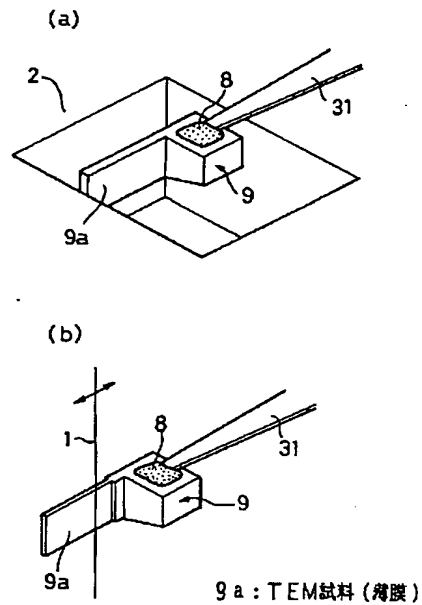


【図 4】

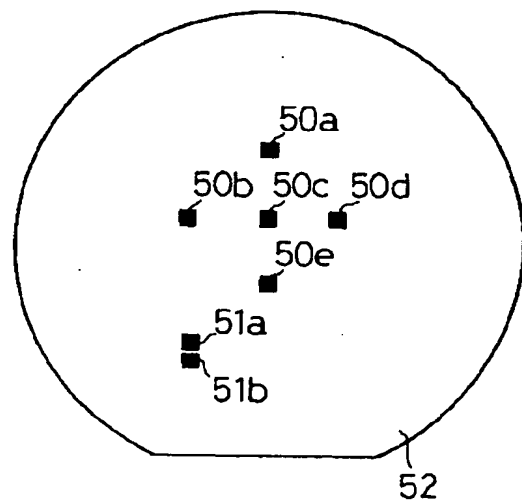


- 30 : バイモルフ型圧電素子  
31 : 金属プローブ

【図 2】

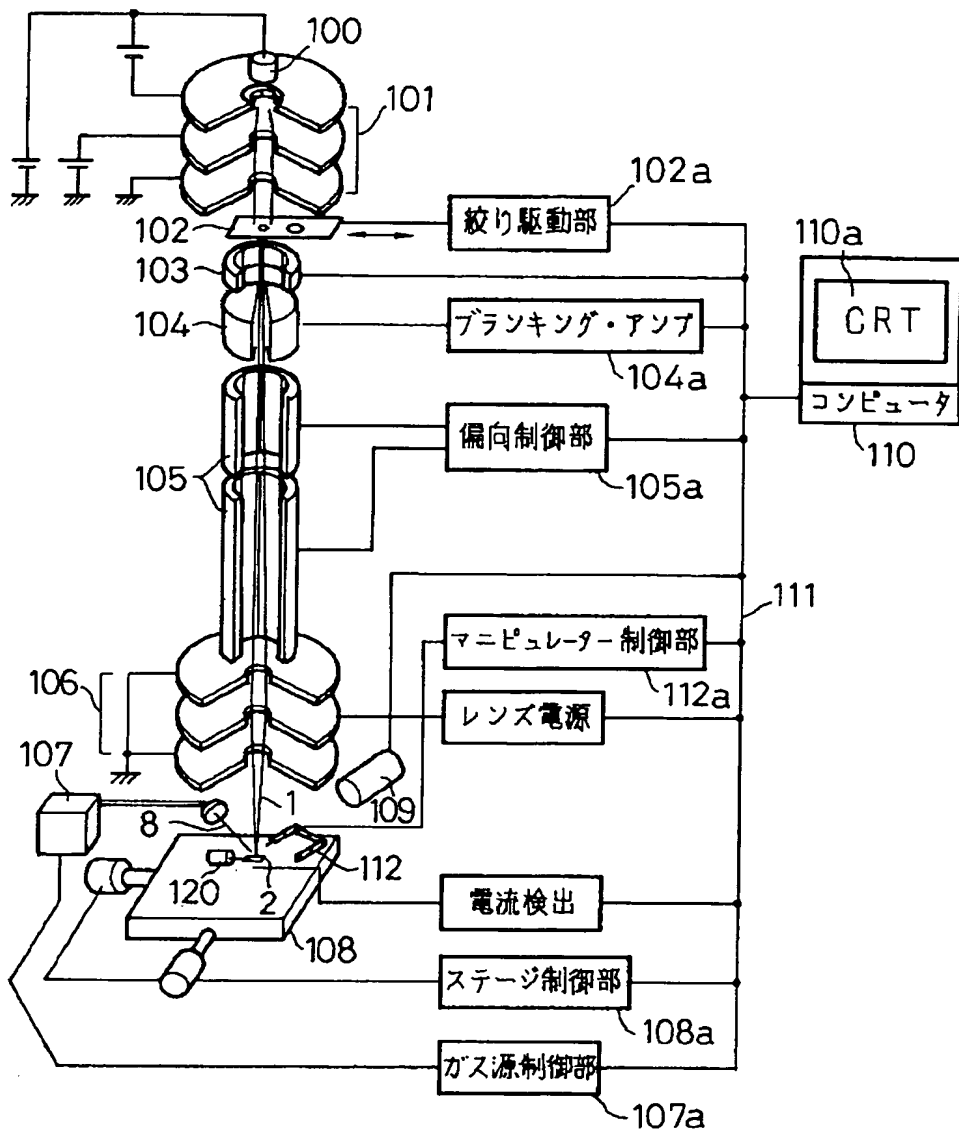


【図 5】



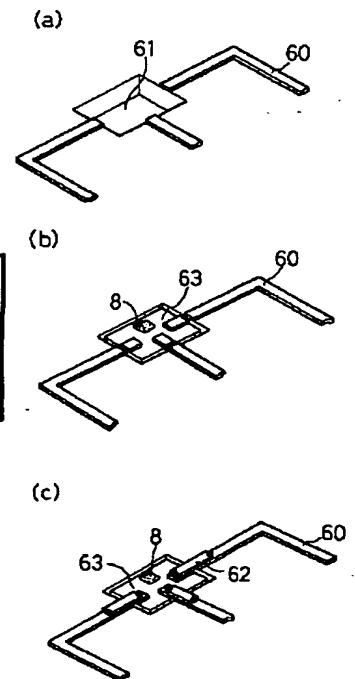
- 50a~50e : 分析点  
51a, 51b : 近接した分析点  
52 : 半導体ウェハー

【図3】



- |                 |              |
|-----------------|--------------|
| 100: 液体金属イオン源   | 106: 対物レンズ   |
| 101: コンデンサレンズ   | 107: ガス源     |
| 102: 可変アパーチャ    | 108: ステージ    |
| 103: アライナ・スティグマ | 109: 二次電子検出器 |
| 104: プランカ       | 111: システムバス  |
| 105: デフレクタ      | 120: 試料回転装置  |

【図6】



- 60: 配線  
61: 加工穴  
62: 移植配線  
63: 分離試料

【図7】

